

**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

**MARIA LUÍSA DE ALENCAR E SILVA LEITE**

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO DE  
SISTEMAS ADESIVOS À DENTINA – INFLUÊNCIA DA UMIDADE**

**João Pessoa  
2014**

**MARIA LUÍSA DE ALENCAR E SILVA LEITE**

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO DE  
SISTEMAS ADESIVOS À DENTINA – INFLUÊNCIA DA UMIDADE**

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Curso de Graduação  
em Odontologia, da Universidade  
Federal da Paraíba em cumprimento  
às exigências para conclusão.

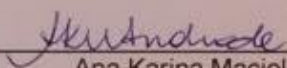
Orientadora: Ana Karina Maciel de Andrade

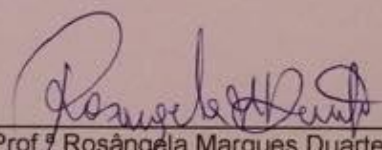
João Pessoa  
2014

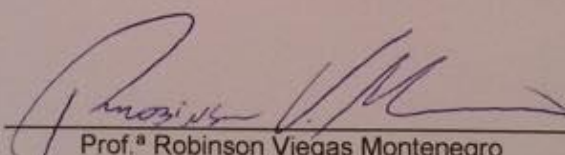
MARIA LUISA DE ALENCAR E SILVA LEITE

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Curso de Graduação  
em Odontologia, da Universidade  
Federal da Paraíba em cumprimento às  
exigências para conclusão.

Monografia aprovada em 27 / 08 / 2014

  
\_\_\_\_\_  
Ana Karina Maciel de Andrade  
(Orientadora – UFPB)

  
\_\_\_\_\_  
Prof.ª Rosângela Marques Duarte  
(Examinadora – UFPB)

  
\_\_\_\_\_  
Prof.ª Robinson Viegas Montenegro  
(Examinador – UFPB)

\_\_\_\_\_  
Prof. Hugo Lemes Carlo  
(Examinador – UFPB)

L533a      Leite, Maria Luísa de Alencar e Silva.

Avaliação da resistência de união à microtração de sistemas adesivos à dentina – influência da umidade / Maria Luísa de Alencar e Silva Leite. -- João Pessoa: [s.n.], 2015.

45f. : il. -

Orientadora: Ana Karina Maciel de Andrade.  
Monografia (Graduação) – UFPB/CCS.

1. Sistema adesivo. 2. Umidade. 3. Dentina.

## DEDICATÓRIA

*A Deus, meu Senhor, fonte de amor, bondade e misericórdia.*

*Aos meus pais, Antônio Wellington e Carmen Lúcia,*

*pelo pleno amor e carinho a cada passo que trilha.*

*Aos meus irmãos, Pedro Henrique e Ana Cecília,*

*meus eternos e verdadeiros amigos.*

## AGRADECIMENTOS

A *Deus*, que esteve guiando cada passo meu nessa longa caminhada, protegendo de todos os perigos, derramando graças a cada dia na minha vida e trazendo pessoas maravilhosas para trilhar comigo essa jornada.

Aos meus pais, *Antônio Wellington* e *Carmen Lúcia*, pelo amor, pelos inúmeros ensinamentos que me mostraram que a única forma de vencer é buscando o conhecimento incessantemente, com humildade, honestidade, perseverança e colocando Deus no centro de todas as coisas.

Aos meus irmãos, *Pedro Henrique* e *Ana Cecília*, pela cumplicidade e carinho em todos esses anos vividos.

Ao meu namorado, *José William*, pelo seu amor, companheirismo e compreensão.

A minha orientadora, *Ana Karina*, que esteve guiando cada passo na minha formação acadêmica, acreditando no meu potencial, motivando cada vitória conquistada, dando todo suporte necessário para o meu crescimento pessoal e profissional, sendo muito mais que uma orientadora exemplar, uma mãe, uma verdadeira amiga e que tenho e sempre terei como minha eterna professora.

A professora *Rosângela*, que me deu o presente de ser prestigiada por tê-la como minha co-orientadora, não menos importante, pois como sempre digo, tenho duas grandes orientadoras. Agradeço pela grandiosa amizade, confiança, cuidado, por acreditar em mim e por desejar sempre o melhor nessa longa trajetória.

Às minhas queridas amigas de graduação, *Amanda, Cíntia, Isabelle, Rebeca, Mariana e Vanessa*, pela amizade e cumplicidade.

A todos os meus *familiares*, que sempre acreditaram no meu potencial e vibrou junto comigo cada conquista.

A *Sergio*, técnico do Laboratório de Materiais Dentários, por todo auxílio dado durante esses anos e pelas grandiosas palavras.

Aos *colegas de graduação*, que compartilharam momentos inesquecíveis durante a caminhada acadêmica.

Aos *professores de graduação em Odontologia*, por contribuírem na minha formação profissional.

## RESUMO

O objetivo dessa pesquisa foi avaliar a resistência de união à microtração de sistemas adesivos, na técnica de condicionamento ácido total, aplicados em diferentes substratos dentinários. Foram selecionados 20 terceiros molares humanos extraídos, os quais foram divididos em 4 grupos, de acordo com o sistema adesivo a ser usado e a técnica a ser aplicada: 1. Single Bond Universal – Dentina úmida; 2. Adper Single Bond 2 – Dentina úmida (grupo controle); 3. Single Bond Universal – Dentina Seca; 4. Adper Single Bond 2 – Dentina seca. Após a realização do corte oclusal dos dentes, a fim de expor a superfície dentinária, foi realizada a técnica de hibridização específica para cada grupo e a restauração dos elementos dentários. Após 24 horas de imersão em água destilada, foi realizado o corte dos elementos restaurados para obtenção de espécimes em forma de prismas, constituídos pela dentina, interface adesiva e material restaurador, os quais foram submetidos ao teste de resistência de união à microtração. Após o ensaio, os corpos de prova fraturados foram examinados em microscópio óptico e classificados de acordo com o modo de fratura. Os dados da resistência de união à microtração foram submetidos à análise estatística através do teste t e a análise de fratura dos espécimes foi apresentado por meio da estatística descritiva. Considerando a condição da superfície dentinária, não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos do adesivo Single Bond Universal (úmida: 51,33 MPa; seca: 51,97 MPa/  $p>0,05$ ); entretanto, houve diferença entre os grupos do adesivo Adper Single Bond 2 (úmida: 51,19 MPa, seca: 25,96 MPa/  $p=0,000$ ). Comparando-se os adesivos entre si, na dentina úmida, não houve diferença estatisticamente significativa ( $p>0,05$ ); entretanto, na dentina seca, houve diferença ( $p=0,000$ ). O tipo de fratura predominante, em ambos os grupos, foi a fratura mista – coesiva no adesivo e na camada híbrida. Concluiu-se que o Single Bond Universal pode ser utilizado em ambas condições da superfície dentinária, equiparando-se à técnica úmida do Adper Single Bond 2, sem prejudicar a resistência de união das restaurações diretas.

**Palavras-chave:** Sistema adesivo; Umidade; Dentina.



## ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the microtensile bond strength of adhesive systems in the total etching technique on different substrates. Twenty extracted human third molars were selected and divided into four groups according to the adhesive system to be used and the technique applied: 1. Single Bond Universal – Humid dentin; 2. Adper Single Bond 2 – Humid dentin (control group); 3. Single Bond Universal – Dry dentin; 4. Adper Single Bond 2 – Dry dentin. After realization of occlusal cut of the teeth in order to expose the dentin surface, the specific technique of hybridization was performed to each group followed of the restoration of the dental elements. After 24 hours of immersion in distilled water, restored elements were cut to obtain prism-shaped specimens - of dentin, adhesive interface and restorative material - which were submitted to the microtensile bond strength test. After the test, the fractured samples were examined under optical microscope and classified according to the mode of fracture. Data of the microtensile bond strength were analyzed by the T test ( $p < 0.05$ ) and the analysis of fracture of the specimens was presented by means of descriptive statistics. With respect to the effect of the dentin surface condition, there was no statistically significant difference between Single Bond Universal groups (humid: 51.33 MPa; dry: 51.97 MPa;  $p > 0.05$ ); however, the difference between the two groups of Adper Single Bond 2 was statistically significant (humid: 51.19 MPa, dry: 25.96 MPa;  $p = 0.0001$ ). Comparing the two adhesive systems, in humid dentin there was no statistically significant difference between them ( $p > 0.05$ ); however, for dry dentin the difference between the two adhesive systems was statistically significant ( $p = 0.0001$ ). The predominant type of fracture, in both groups, was the mixed fracture - cohesive in the adhesive and in the hybrid layer. It is concluded from this study that the Single Bond Universal can be used in both conditions of the dentin surface, dry and humid, being equivalent to the humid technique of Adper Single Bond 2, without impairing the bond strength of direct restorations.

**Key words:** Adhesive system; Humidity; Dentin.

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	10
2. OBEJTIVOS.....	18
2.1 OBJETIVO GERAL.....	19
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	19
3. MATERIAIS E METODO.....	20
3.1 UNIVERSO E AMOSTRA.....	21
3.2 COLETA DE DADOS.....	21
3.3 ANÁLISE DE DADOS.....	27
4. RESULTADOS.....	28
5. DISCUSSÃO.....	31
6. CONCLUSÃO.....	36
REFERÊNCIAS.....	38
ANEXO A.....	45

# *Introdução*

## 1. INTRODUÇÃO

Com o desenvolvimento e o aprimoramento dos materiais restauradores estéticos, os sistemas adesivos tornaram-se elementos fundamentais em diversas aplicações clínicas e são responsáveis pela união do material restaurador às estruturas dentárias (CARVALHO et al., 2004). O principal desafio para um adesivo dental é a capacidade de se relacionar de forma eficaz em dois substratos de naturezas diferentes. A adesão ao esmalte é eficiente e duradoura. Em contrapartida, a união à dentina tem sido difícil devido à sua natureza variável e à sua estrutura heterogênea (HALLER, 2000).

O mecanismo de união dos sistemas adesivos basicamente envolve a substituição de minerais, retirados do tecido dentário duro, por monômeros resinosos, de tal forma que um polímero torna-se micro-mecanicamente interligado ao substrato dental (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982). Os sistemas adesivos disponíveis no mercado podem ser classificados em duas categorias: convencionais e autocondicionantes. Sistemas adesivos convencionais são aqueles que empregam o passo operatório de condicionamento ácido da superfície do esmalte ou dentina separadamente dos outros passos clínicos. Podem ser de dois passos - condicionamento ácido, combinação de primer e agente adesivo em um único frasco – ou três passos - condicionamento ácido, primer e agente adesivo em frascos separados. Já os autocondicionantes que promovem, simultaneamente, condicionamento ácido e incorporação dos monômeros à superfície dentinária desmineralizada, são disponíveis no mercado em dois tipos: de um passo – ácido, primer e adesivo em um único frasco; e de dois passos – primer ácido e adesivo em frascos separados (DE MUNCK et al., 2005; OLIVEIRA; RODRIGUES, 2004; TAY; PASHLEY, 2001).

Quando usada a estratégia convencional, o primeiro passo envolve a aplicação de um gel de ácido fosfórico para ambos os substratos dentários, o que permite a remoção da smear layer e a exposição das fibrilas de colágeno da dentina e aumento da área e energia de superfície no substrato do esmalte. O primer é então aplicado (segunda etapa), seguido pelo adesivo (terceiro passo), estando este em um frasco separado ou em uma única solução com o primer (DE MUNCK et al.,

2005; VAN MEERBEEK et al., 1992; VAN MEERBEEK et al., 1998). Independentemente do número de etapas, a principal desvantagem do sistema convencional, principalmente versões de dois passos, é que há risco de um colapso das fibras colágenas durante o processo de secagem da dentina desmineralizada, o que leva a diminuição da resistência de união (SPENCER; SWAFFORD, 1999; TAY; GWINNETT; WEI, 1996). O colapso das fibras colágenas é evitado mantendo a dentina desmineralizada úmida, de forma que as fibrilas de colágeno se organizem no sentido vertical com grandes espaços interfibrilares, permitindo maior possibilidade de infiltração da resina (VAN MEERBEEK et al., 1998). Entretanto, esta é uma tarefa de difícil realização clinicamente. Na realidade, a umidade adequada depende do solvente utilizado no material (REIS et al., 2003) e da interpretação do clínico quanto às instruções do fabricante (MUÑOZ et al., 2013).

Em virtude da dentina vital ser intrinsecamente úmida, é praticamente impossível secá-la completamente em uma situação clínica. Consequentemente, os fabricantes desenvolveram adesivos dentinários que são compatíveis com ambientes úmidos. Assim, muitos adesivos dentais combinam monômeros hidrófilos e hidrofóbos no mesmo frasco. Grupos hidrófilos melhoram a molhabilidade para os tecidos duros dentários; grupos hidrofóbos interagem e copolimerizam com o material restaurador (PERDIGÃO; REIS; LOGUERCIO, 2013).

A técnica úmida em adesivos convencionais aumenta a resistência de união já que a água preserva a rede de colágeno disponível para a interdifusão de monômeros (KANCA, 1992; PERDIGÃO, 2002). O uso de sistemas adesivos em dentina úmida condicionada é possível por dissolução de monômeros hidrófilos em solventes orgânicos, tais como acetona ou etanol, nos primers ou nas soluções adesivas. Como o solvente pode deslocar água da superfície da dentina e da rede de colágeno úmida, o mesmo promove a infiltração de monômeros de resina ao longo dos nano-espaços da rede densa de colágeno. Idealmente, estes monômeros iriam substituir toda a água. No entanto, a substituição completa da água por monômeros adesivos é inatingível, resultando em camadas híbridas que contêm espaços vazios (SANO; TAKATSU; CIUCCHI, 1995; WANG; SPENCER, 2003). Além disso, a aplicação de agentes de união comerciais nas matrizes de colágeno úmidas causa o encolhimento da rede de colágeno entre 23% e 28%, dependendo

da concentração de etanol ou de acetona na solução adesiva (NAKAJIMA et al., 2002).

Outro problema associado aos adesivos convencionais é que existe um gradiente decrescente de impregnação de monômeros na rede de fibras colágenas com a profundidade (WANG; SPENCER, 2002), significando que o colágeno mais profundo é menor infiltrado por resina em relação ao topo da camada híbrida (WANG; SPENCER; WALKER, 2007). Isto é ainda mais pronunciado em dentina afetada por cárie (WANG; SPENCER; WALKER, 2007), que é um substrato clinicamente mais relevante do que a dentina hígida usado em testes união *in vitro*. Assim, fibrilas de colágeno desnudas, resultantes da incompleta infiltração de resina, não podem ser protegidas contra a desnaturação e a degradação após função (PASHLEY et al., 2003; FUNG et al., 2009).

O Adper Single Bond 2 (3M ESPE Dental Products Division St. Paul, MN, USA), adesivo convencional de dois passos, contém nanopartículas de sílica com 5 nanômetros de tamanho. As nanopartículas são tratadas *in situ* com um agente estabilizador de silano durante a fabricação. De acordo com o fabricante, o aperfeiçoamento da tecnologia utilizada para o tratamento de superfície das nanopartículas proporciona maior estabilidade e evita a agregação/aglomeração. Dessa forma, as nanopartículas poderiam permanecer uniformemente dispersas e seriam capazes de se infiltrar nos espaços interfibrilares (DI HIPOLITO et al., 2012).

Apesar da formação de um tecido hibridizado na interface de união, a camada híbrida tem a sua capacidade de união comprometida ao longo do tempo (BRESCHI et al. 2008; HASHIMOTO et al. 2003a). Vários fatores contribuem para a degradação de materiais adesivos dentinários: (1) A natureza hidrófila de alguns monômeros utilizados na composição de adesivos (SALZ et al., 2005); (2) A técnica de união úmida (GWINNETT, 1994; KANCA, 1992) usada nos adesivos convencionais e (3) O fluido tubular nas anastomoses que permeiam túbulos dentinários (PERDIGÃO; REIS; LOGUERCIO, 2013).

A água desempenha um papel importante na degradação hidrolítica parcial de polímeros adesivos, diminuindo as suas propriedades físicas (CHIARAPUTT et al., 2008; ITO et al., 2005). A absorção de água conduz à plastificação do adesivo, resultando em resistência de união inferior (HASHIMOTO et al., 2000). Por exemplo, o metacrilato de 2-hidroxietila (HEMA) é submetido a uma diminuição das

propriedades físicas após 24 horas, como resultado da absorção de água após a polimerização e da extração de monômeros não reagidos solúveis em água (PAUL et al., 1999). A fragmentação de polímeros resinosos hidroliticamente instáveis no interior da camada híbrida também pode causar a exposição das fibrilas de colágeno. Estas fibrilas recentemente expostas, juntamente com as fibrilas de colágeno não totalmente envolvidas por monômeros de resina durante o protocolo de hibridização, são vulneráveis à fadiga mecânica e hidrolítica, bem como à degradação por enzimas esterases - promovem hidrólise das matrizes de resina - e enzimas collagenolíticas e gelatinolíticas endógenas e exógenas - promovem hidrólise do colágeno (LIU et al., 2011; PASHLEY et al., 2004), que podem comprometer a integridade da união dentina-resina (BRESCHI et al., 2008; HASHIMOTO et al., 2000; HASHIMOTO et al., 2002; WANG; SPENCER, 2003).

Pesquisas *in vitro* mostraram que a união entre resina-dentina se deteriora ao longo do tempo (ARMSTRONG et al., 2004; DE MUNCK et al., 2003; GWINNETT; YU, 1995), como resultado da degradação da camada híbrida na interface dentina-adesivo (DE MUNCK et al., 2009). Além da degradação hidrolítica das resinas adesivas (HASHIMOTO et al., 2000), a degradação proteolítica das fibrilas de colágeno pode ser também responsável pela queda na resistência de união à dentina ao longo do tempo (HASHIMOTO et al. 2003b; HASHIMOTO, 2010). Estudos *in vivo* demonstraram também que o componente colágeno da camada híbrida sofre uma degradação hidrolítica gradual (HASHIMOTO et al. 2003b; SANO et al. 1999; TAKAHASHI et al., 2002).

Algumas pesquisas sobre as proteínas não-colágenas da dentina demonstraram que fibrilas de colágeno da dentina contém formas inativas de enzimas proteolíticas denominadas metaloproteinases de matriz (MMP). Estas enzimas têm sido identificadas nos odontoblastos e na dentina de origem humana mineralizada ou desmineralizada (BOURD-BOITTIN et al. 2005; MAZZONI et al., 2007; SULKALA et al., 2007) e desempenham um papel importante na degradação da união entre resina-dentina (PERDIGÃO; REIS; LOGUERCIO, 2013). Evidências diretas de aumento da atividade de MMP-2 e -9 após a aplicação do adesivo foram encontrados, com maiores níveis de atividades relatadas para adesivos convencionais comparados com os autocondicionantes. Estes resultados correlacionam-se, provavelmente, ao fato de que o passo de condicionamento ácido

dos sistemas adesivos convencionais expõe mais matriz de dentina que os sistemas adesivos autocondicionantes (MAZZONI et al., 2013).

Com o objetivo de simplificar as técnicas de aplicação, as formulações dos sistemas adesivos foram sendo modificadas de modo que se tornaram altamente hidrófilas e compatíveis com o substrato dentinário úmido. A crescente tendência de simplificação reflete o desejo do profissional por eficiência e redução de tempo clínico, porém não reflete, necessariamente, em uma genuína evolução tecnológica, uma vez que estudos indicam resultados menos satisfatórios em termos de durabilidade de ligações adesivas em técnicas simplificadas (CARVALHO et al., 2004; PEUMANS et al., 2005).

A obtenção de uma adesão duradoura e estável em dentina desmineralizada e seca é algo extremamente desejável pelos clínicos, uma vez que eliminaria o desafio de se alcançar a umidade ideal do substrato dentinário, assim como também, os efeitos deletérios a curto e a longo prazo da água no interior da camada híbrida (DAL-BIANCO et al., 2006; REIS et al., 2007).

Atualmente, um novo adesivo foi lançado no mercado, o Single Bond Universal (3M ESPE Dental Products, Divisão de St. Paul, MN, EUA), proposto para ser utilizado sob qualquer técnica de aplicação e em qualquer superfície. Esse adesivo é indicado na técnica adesiva de condicionamento ácido total (com prévio condicionamento em esmalte e em dentina), autocondicionante (sem condicionamento ácido) ou com condicionamento seletivo em esmalte (SINGLE BOND UNIVERSAL, 2013). Permite, ainda, ser utilizado com a dentina úmida, ou mesmo, seca (MENA-SERRANO et al., 2013; PERDIGÃO et al., 2014). Apresenta em sua composição, dentre outros componentes, Vitrebond™ Copolímero, que permite a reidratação das fibras colágenas e a formação de uma camada híbrida mesmo com a dentina seca, e o MDP que permite maior adesão ao esmalte, aumenta a adesão na técnica autocondicionante e confere maior longevidade ao adesivo (SINGLE BOND UNIVERSAL, 2013).

Mena-Serrano et al. (2013) avaliaram o desempenho clínico de 6 meses do Single Bond Universal, em lesões cervicais não cariosas, utilizando dois critérios de avaliação - Federação Dentária Internacional (FDI) e Serviço de Saúde Pública dos Estados Unidos (USPHS). Duzentas restaurações foram distribuídas em quatro grupos: condicionamento ácido total em dentina úmida; condicionamento ácido total



em dentina seca; condicionamento ácido seletivo em esmalte; autocondicionante. Observaram ao fim dos 6 meses, que o comportamento clínico do adesivo universal não depende da estratégia de união.

Perdigão et al. (2014) avaliaram o desempenho clínico de 18 meses do Single Bond Universal, em lesões cervicais não cariosas, utilizando-se os mesmos critérios de avaliação e metodologia de Mena-Serrano et al. (2013). A única diferença entre as estratégias de união foi encontrada para o parâmetro de adaptação marginal, no qual o critério FDI foi mais sensível que o USPHS. Nessas condições o grupo autocondicionante resultou em um maior número de restaurações com melhor índice de adaptação marginal em relação aos demais grupos, que não diferiram entre si.

Marchesi et al. (2014) investigaram a estabilidade adesiva ao longo do tempo do Single Bond Universal (SBU), usado em diferentes técnicas de união em dentina, e comparado ao Prime & Bond NT (PB-NT), adesivo convencional de dois passos. Foram avaliadas as seguintes técnicas de adesão: modo autocondicionante – SBU; modo convencional em dentina úmida – SBU; modo convencional em dentina seca – SBU; modo convencional em dentina úmida – PB-NT. Os testes de resistência de união à microtração foram realizados após 24 h, 6 meses e 1 ano de envelhecimento em saliva artificial. Após 24 h, não foram encontradas diferenças entre os grupos. Após 1 ano de armazenamento, o Single Bond Universal aplicado no modo autocondicionante e o Prime & Bond NT apresentaram maior resistência de união à microtração em comparação com os demais grupos, que não apresentaram diferenças entre si.

Muñoz et al. (2013) avaliaram a resistência de união à microtração em dentina, a nanoinfiltração e o grau de conversão dentro da camada de sistemas adesivos. Quarenta terceiros molares extraídos livres de cárie foram divididos em 8 grupos, de acordo com o adesivo e a estratégia de união: Clearfil SE Bond (controle); Adper Single Bond 2 (controle); Peak Universal Bond – técnica convencional; Peak Universal Bond – técnica autocondicionante; Single Bond Universal - técnica convencional; Single Bond Universal – técnica autocondicionante; All Bond Universal - técnica convencional; All Bond Universal – técnica autocondicionante. O desempenho dos adesivos universais mostrou-se material-dependente. Os resultados indicam que essa nova categoria de adesivos universais usado em dentina, tanto na técnica convencional quanto na técnica autocondicionante é inferior no que se refere, pelo

menos, uma das propriedades avaliadas, em comparação com os adesivos utilizados como controle. O Single Bond Universal apresentou resultados inferiores em ambas estratégias de união comparados ao Adper Single Bond 2 e ao Clearfil SE Bond.

O avanço tecnológico e a simplificação da técnica devem apresentar como resultado o sucesso clínico e a durabilidade das restaurações. Assim, torna-se necessário avaliar esse novo adesivo, utilizando variações na técnica de acordo com as instruções do fabricante.

# *Objetivos*

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1. OBJETIVO GERAL:**

O objetivo dessa pesquisa foi avaliar a resistência de união à microtração e o tipo de fratura de sistemas adesivos na técnica de condicionamento ácido total na dentina úmida e na dentina seca.

#### **3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS:**

- Avaliar a resistência de união à microtração do sistema adesivo Single Bond Universal, após condicionamento ácido total, aplicado na dentina úmida e na dentina seca.
- Avaliar a resistência de união à microtração do sistema adesivo Adper Single Bond 2, após condicionamento ácido total, aplicado na dentina úmida e na dentina seca.
- Comparar a resistência de união à microtração dos sistemas adesivos Single Bond Universal e Adper Single Bond 2 , na técnica úmida e na técnica seca.
- Analisar o tipo de fratura após teste de microtração, utilizando os sistemas adesivos Single Bond Universal e Adper Single Bond 2 aplicados na dentina úmida e na dentina seca.

# *Materiais e Método*

## **4. MATERIAIS E MÉTODO**

Realizou-se um estudo laboratorial, no qual foi adotada uma abordagem indutiva, com procedimento estatístico e comparativo, com técnica de documentação direta em laboratório (LAKATOS; MARCONI, 2009).

### **4.1 UNIVERSO E AMOSTRA**

O universo foi composto por todos os dentes extraídos por indicação de um cirurgião-dentista obtidos de acordo com as orientações da Resolução 466/12 do Conselho Nacional de Saúde/MS após a aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa - CCS /UFPB (projeto cadastrado). Esses elementos foram armazenados em solução de timol a 0,2%.

Para o estudo em questão foram selecionados 20 terceiros molares humanos extraídos, que representaram o total de amostras, encontrando-se sem lesão tecidual, alteração anatômica ou material restaurador.

### **4.2. COLETA DE DADOS**

As amostras foram limpas e embutidas em cilindros de resina acrílica para facilitar o manuseamento durante a preparação. O esmalte oclusal foi removido, utilizando disco de diamante (Exttec, Enfield, CT, USA) montado em cortador de precisão (Labcut 1010, Exttec, Enfield, CT, USA) sob refrigeração à água para expor a superfície dentinária, simulando uma cavidade média (Figura 1). Em seguida, amostras foram lixadas com lixa de carbeto de silício granulação 600 (Carborundum Abrasivos, Recife, PE, Brasil), em politriz, sob refrigeração com água (Politriz ERIOS – 27000, São Paulo, SP, Brasil) por 60 segundos, para proporcionar uma camada homogênea de lama dentinária (ORELLANA et al., 2009).

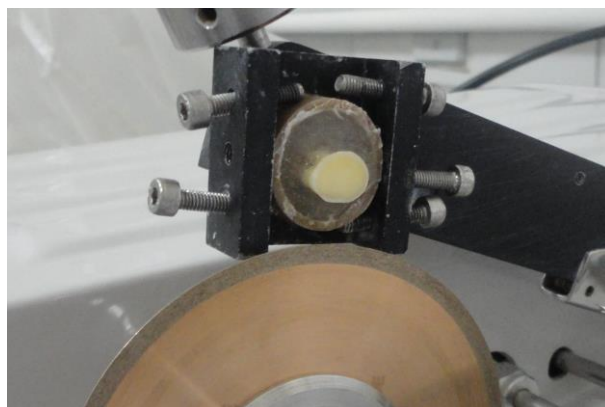


Figura 1: Superfície dentinária exposta simulando uma cavidade média.

#### 4.2.1. Seleção dos sistemas adesivos

Foram utilizados dois sistemas adesivos: um foi avaliado (Single Bond Universal) e o outro, já consagrado na literatura, serviu como controle (Adper Single Bond 2) . Suas composições encontram-se no quadro abaixo.

Quadro 1- Composição dos materiais utilizados.

<b>Fabricante</b>	<b>Adesivo</b>	<b>Composição</b>
<b>3M ESPE</b>	Adper Single Bond 2	Resinas de dimetacrilato, HEMA Vitrebond™ Copolímero, partículas, etanol, água, iniciadores.
<b>3M ESPE</b>	Single Bond Universal	MDP (monômeros ácidos fosfatados), resinas de dimetacrilato, HEMA Vitrebond™ Copolímero, partículas, etanol, água, iniciadores, silano.

#### 4.2.2. Procedimentos de união

Os molares foram divididos em 4 grupos, contendo 5 dentes cada, de acordo com o sistema adesivo usado (Figura 2) e a técnica aplicada (Figura 3). O sistema adesivo foi aplicado respeitando a técnica determinada para cada grupo, a seguir:

**Quadro 2- Técnica restauradora.**

<b>Grupo</b>	<b>Sistema Adesivo</b>	<b>Técnica</b>
1	Single Bond Universal	Aplicar um gel de condicionamento comum de ácido fosfórico a 35% e deixar atuar durante 15 segundos. Em seguida, lavar bem com água e secar com papel absorvente de modo que a dentina fique úmida. Aplicar ativamente o adesivo em toda a superfície dentária e durante aproximadamente 20 segundos. Se necessário, reumedecer o aplicador descartável durante o tratamento*. Em seguida, aplicar leve jato de ar durante 5 segundos a uma distância de 10 cm. Fotopolimerizar por 10 segundos. *Padronizou-se a aplicação de duas camadas de adesivo.
2	Adper Single Bond 2	Aplicar um gel de condicionamento comum de ácido fosfórico a 35% e deixar atuar durante 15 segundos. Em seguida, lavar bem com água e secar com papel absorvente de modo que a dentina fique úmida. Aplique duas camadas consecutivas de adesivo agitando-o gentilmente na superfície por 15 segundos. Em seguida, aplicar leve jato de ar durante 5 segundos a uma distância de 10 cm. Fotopolimerizar por 10 segundos.
3	Single Bond Universal	Aplicar um gel de condicionamento comum de ácido fosfórico a 35% e deixar atuar durante 15 segundos. Em seguida, lavar bem com água e retirar o excesso de água com jato de ar durante 10 segundos a uma distância de 10 cm de modo que a dentina fique seca (sem ressecar). Aplicar ativamente o adesivo em toda a superfície dentária e durante aproximadamente 20 segundos. Se necessário, reumedecer o aplicador descartável durante o tratamento*. Em seguida, aplicar leve jato de ar durante 5 segundos a uma distância de 10 cm. Fotopolimerizar por 10 segundos. *Padronizou-se a aplicação de duas camadas de adesivo.
4	Adper Single Bond 2	Aplicar um gel de condicionamento comum de ácido fosfórico a 35% e deixar atuar durante 15 segundos. Em seguida, lavar bem com água e retirar o excesso de água com jato de ar durante 10 segundos a uma distância de 10 cm de modo que a dentina fique seca (sem ressecar). Aplique duas camadas consecutivas de adesivo agitando-o gentilmente na superfície por



		15 segundos. Em seguida, aplicar leve jato de ar durante 5 segundos a uma distância de 10 cm. Fotopolimerizar por 10 segundos.
--	--	--



Figura 2: Sistemas adesivos analisados.



Figura 3: Aplicação do adesivo na superfície dentinária.

#### 4.2.3. Procedimento restaurador

Após a aplicação do sistema adesivo, cada amostra recebeu três incrementos (Figura 4), de 1,5mm cada, do compósito restaurador Z100 (3M ESPE) cuja fotoativação foi realizada utilizando aparelho fotoativador Optlux Plus (GNATUS) com intensidade de luz aferida em  $400\text{mW}/\text{cm}^2$ , conforme leitura do radiômetro Demetron (Modelo 100, Demetron, USA), durante 40 segundos, resultando na formação de um bloco com aproximadamente 4,5 mm de altura.



Figura 4: Medição da espessura do compósito restaurador.

#### 4.2.4. Armazenamento

Os elementos restaurados foram armazenados a 37°C ( $\pm 1^\circ\text{C}$ ) em água destilada pelo período de 24 horas (SHINOHARA et al., 2009).

#### 4.2.5. Corte das amostras

Com disco de diamante (Extec, Enfield, CT, USA) montado em cortador de precisão (Labcut 1010, Extec, Enfield, CT, USA) sob refrigeração à água, as amostras foram cortadas nos sentidos méso-distal e vestibulo-lingual longitudinalmente e, por fim, transversalmente na região cervical para a obtenção de espécimes com formato de prismas (Figura 5) medindo aproximadamente 1 mm de largura (Figura 6), 1mm de profundidade e 10mm de altura, formados por dois braços sendo, um, o compósito restaurador e o outro, o substrato dentinário, unidos entre si por uma interface adesiva (ORELLANA et al., 2009). Cada dente resultou em 15 prismas, totalizando 75 prismas para cada grupo ( $n=75$ ).

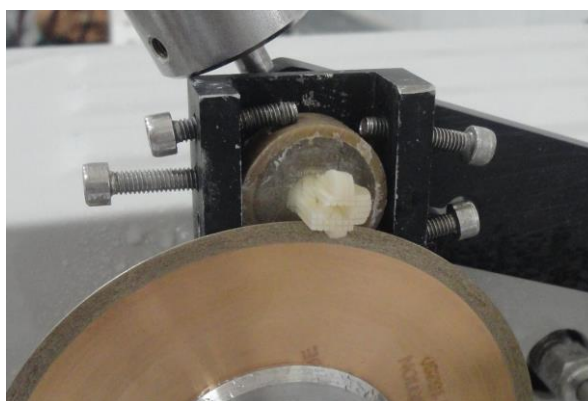


Figura 5: Amostra prestes a receber o corte transversal na região cervical.



Figura 6: Medição da largura/profundidade de um prisma.

#### 4.2.6. Ensaio de microtração da união à dentina

Com o auxílio de uma cola a base de cianocrilato (Super Bond Gel – Locite Brasil Ltda) e de uma substância aceleradora de presa, as extremidades de cada prisma foram fixadas às *garras* do dispositivo de microtração, deixando a interface de união livre. Em seguida, as garras unidas ao prisma foram posicionadas em uma máquina de ensaio (Figura 7), microtensor OM-100 (Odeme, Luzerna, SC, Brasil), utilizando uma célula de carga de 500 N, a qual foi ativada a uma velocidade de 15 mm/min, até que atingisse 10N e, em seguida, continuasse a uma velocidade de 5 mm/min (DI HIPÓLITO, 2009). Os dados de resistência de união à tração expressos em megapascal (MPa) foram registrados, sendo obtidos dividindo a força aplicada no momento da ruptura (carga de pico) sobre a área de união (mm<sup>2</sup>). Os prismas que vieram a quebrar durante o transporte, manuseio e/ou montagem foram descartados do estudo.

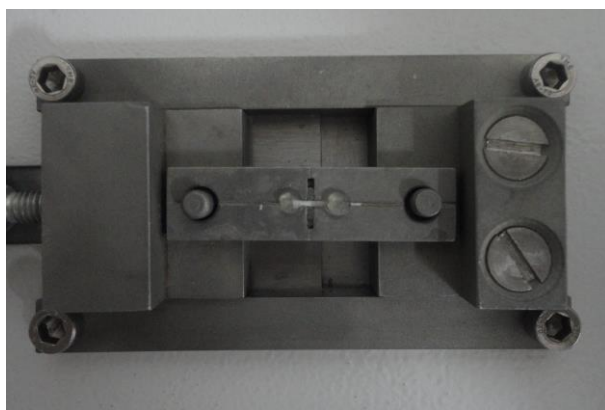


Figura 7: Garra unida ao prisma posicionada no microtensor.

#### **4.2.7. Análise das fraturas**

Após o ensaio, os prismas fraturados foram examinados em microscópio óptico invertido série XJM-400 (KOZO, Nanjing, China) com ampliação de 100X, por um mesmo avaliador, e os modos de fratura classificados como segue:

Tipo I - fratura coesiva no adesivo;

Tipo II - fratura coesiva na dentina;

Tipo III - fratura coesiva na camada híbrida;

Tipo IV - fratura mista: coesiva no adesivo e na camada híbrida.

#### **4.3. ANÁLISE DOS DADOS**

Após o ensaio de microtração, os dados foram tabulados e submetidos ao teste t. As análises das fraturas foram apresentadas por meio de estatística descritiva.

# *Resultados*

## 5. RESULTADOS

A média e desvio padrão dos valores da resistência de união à microtração encontram-se na Tabela 1. O modo de fratura encontra-se na Tabela 2.

Considerando a condição da superfície dentinária (úmida e seca), não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos do adesivo Single Bond Universal ( $p>0,05$ ). Entretanto, houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos do adesivo Adper Single Bond 2 ( $p=0,000$ ), com a técnica úmida apresentando melhor desempenho.

Comparando-se os adesivos entre si, na dentina úmida, não houve diferença estatisticamente significativa ( $p>0,05$ ). Entretanto, na dentina seca, houve diferença estatisticamente significativa ( $p=0,000$ ) e o Single Bond Universal apresentou melhor comportamento.

Em relação à análise de fratura, em todos os grupos houve predominância de fratura Tipo IV – fratura mista: coesiva no adesivo e na camada híbrida - e ocorrência nula de fratura Tipo II – fratura coesiva na dentina.

Tabela 1 – Média e desvio padrão da resistência de união à microtração à dentina dos sistemas adesivos aplicados em diferentes substratos.

	<b>DENTINA ÚMIDA</b>	<b>DENTINA SECA</b>
<b>SINGLE BOND UNIVERSAL</b>	51,33 (16,74)aA	51,97 (19,30)aA
<b>ADPER SINGLE BOND 2</b>	51,19 (24,08)aA	25,96(11,12)bB

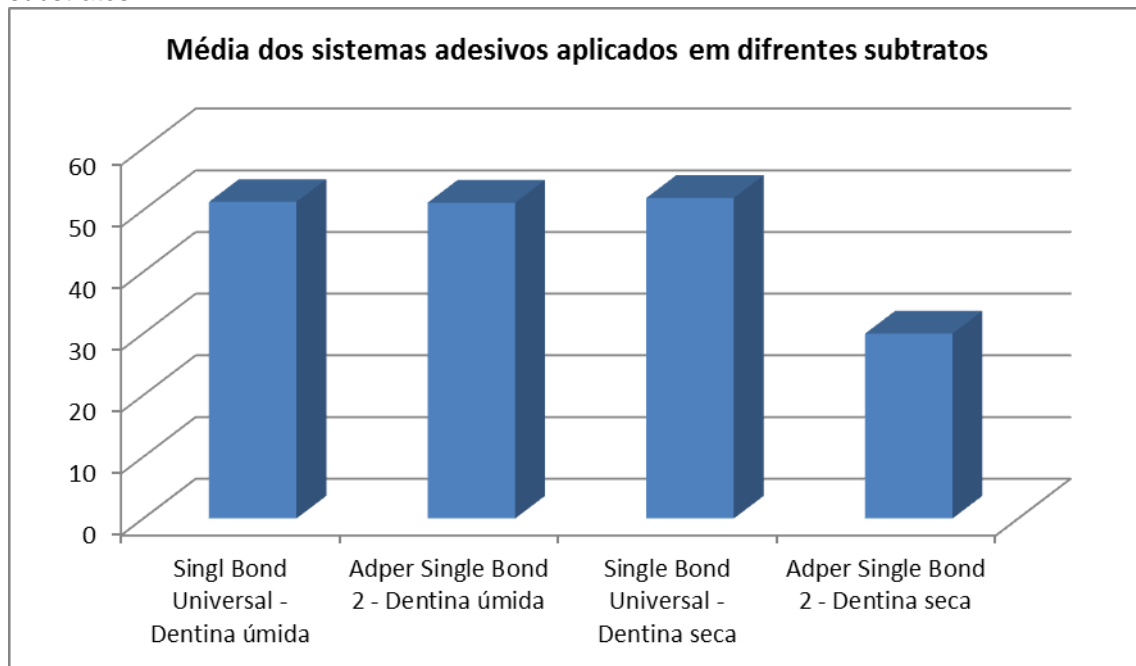
Letras minúsculas diferentes nas linhas significa diferença estatística.

Letras maiúsculas diferentes nas colunas significa diferença estatística.

Tabela 2 – Percentual de amostras (%) dos sistemas adesivos aplicados em diferentes substratos distribuídas de acordo como modo de fratura.

	<b>CLASSIFICAÇÃO</b>			
	I	II	III	IV
<b>SINGLE BOND UNIVERSAL - DENTINA ÚMIDA</b>	23,3%	0%	3,3%	73,4%
<b>ADPER SINGLE BOND 2 - DENTINA ÚMIDA</b>	16,5%	0%	16,25%	66,7%
<b>SINGLE BOND UNIVERSAL - DENTINA SECA</b>	13,3%	0%	13,3%	73,4%
<b>ADPER SINGLE BOND 2 - DENTINA SECA</b>	13,3%	0%	20%	66,7%

Gráfico 1 - Média dos valores de resistência de união dos sistemas adesivos aplicados em diferentes substratos.



# *Discussão*



## 6. DISCUSSÃO

A condição do substrato dentinário é um aspecto de suma importância na adesão dos sistemas adesivos. No momento de secagem da dentina com ar, as fibras colágenas podem se colapsar e permanecerem unidas umas às outras, dificultando a infiltração de monômeros resinosos.

O solvente do sistema adesivo atua de modo a facilitar a penetração de monômeros resinosos na rede de fibrilas colágenas e nos túbulos dentinários expostos, além de deslocar a água residual proveniente do substrato dentinário úmido. Para que isso seja possível, cada sistema adesivo tem o grau ideal de umidade dentinária que deve ser aplicado para se alcançar resistência de união satisfatória.

A microtração é um método de mensuração da resistência de união que ganhou aceitação entre os estudiosos, sendo amplamente utilizada por superar as deficiências dos testes de cisalhamento e tração usuais. Essa técnica permite que se utilize corpos com área menor que 1 mm<sup>2</sup>, sendo essa uma grande vantagem, pois reduz a taxa de falhas coesivas em dentina quando se compara aos demais testes supracitados. É possível, também, avaliar diferentes regiões de um mesmo dente e obter vários corpos de prova a partir de um só elemento. Em virtude da semelhança satisfatória com resultados clínicos, esse se tornou o ensaio mais realizado para testar sistemas adesivos em tecido dentário (SANO et al., 1994; VAN MEERBEEK et al. 2010), justificando, dessa forma, a metodologia empregada no atual estudo.

Experimento *in vitro* da performance do adesivo Single Bond Universal mostrou que após os períodos de armazenagem de 24 horas, 6 meses e 1 ano em saliva artificial, não houve diferença estatisticamente significativa na resistência de união à microtração quanto às diferentes condições da superfície dentinária, ou seja, dentina úmida ou dentina seca (MARCHESI et al., 2014).

Estudos clínicos que avaliaram diferentes estratégias de união propostas pelo adesivo Single Bond Universal mostraram que não há diferença estatisticamente significativa no desempenho desse material quanto à adaptação marginal e à descoloração marginal na técnica convencional úmida e na técnica convencional seca (MENA-SERANO et al., 2013; PERDIGÃO et al., 2014). Esses trabalhos

corroboram com o presente estudo o qual não obteve diferença estatisticamente significativa entre os grupos do adesivo Single Bond Universal. Esse adesivo é a base de etanol e água - 10 e 15% em peso de cada (SINGLE BOND UNIVERSAL, 2013). Apesar do ressecamento da superfície dentinária, a água contida no Single Bond Universal pode ser capaz de permitir a reexpansão da rede de colágeno e reabertura dos espaços interfibrilares para infiltração de monômeros resinosos (MACIEL et al., 1996). Além disso, o Single Bond Universal apresenta o monômero MDP o qual promove união química dessa molécula à dentina, permitindo interfaces estáveis mesmo sem retenção micromecânica (ERICKSON et al., 2009; YOSHIDA et al., 2012).

A avaliação do espectro micromorfológico da interface de união dentina-resina através de microscopia eletrônica de transmissão de sistemas adesivos convencionais sob diferentes condições de umidade e ressecamento da superfície dentinária, mostrou que a secagem da dentina com ar comprimido em diferentes intensidades (3s e 30s) resultou em incompleta infiltração de monômeros resinosos nos nano-espacos da rede de fibras colágenas. A técnica úmida - secando apenas como papel absorvente, foi a que permitiu a infiltração ideal de monômeros (TAY et al., 1996).

Outro estudo *in vitro* que analisou a resistência de união de sistemas adesivos convencionais na técnica de união úmida e na técnica de união seca, evidenciou que as superfícies dentinárias úmidas exibem significativamente maior resistência de união (KANCA, 1992). Esses trabalhos confirmam os resultados da atual pesquisa que comprova melhor desempenho do adesivo Adper Single Bond 2 na técnica úmida em detrimento da técnica seca.

Um estudo que avaliou a condição da superfície dentinária (úmida e seca) e da intensidade de fricção (sem fricção, fricção leve e fricção vigorosa) na resistência de união à microtração do adesivo Adper Single Bond 2 mostrou que não houve diferenças significativas entre os grupos da técnica úmida e da técnica seca quando não houve fricção do adesivo (Úmida: 12,8 MPa; Seca: 14,7 MPa) e quando houve fricção vigorosa deste (Úmida: 42,5 MPa; Seca: 41,3 MPa), indo de encontro com os atuais resultados. Entretanto, quando o modo de fricção leve foi aplicado (Úmida: 43,7 MPa; Seca: 28,1 MPa), o grupo da técnica úmida apresentou melhor desempenho comparado ao grupo da técnica seca (REIS et al., 2007), ratificando os

resultados do presente estudo. A divergência dos resultados, a princípio, do atual experimento com o estudo de Reis et al. (2007) pode ser justificada, supostamente, pela não infiltração de monômeros resinosos na rede de fibras colágenas, seja na técnica úmida ou seca, pela ausência de aplicação ativa do adesivo nos grupos sem fricção. Segundo os autores (REIS et al., 2007), a similaridade entre os resultados dos grupos da dentina úmida e dentina seca no modo de fricção vigorosa não era esperada, uma vez que estudos mostram que há perda da resistência de união devido a menor infiltração de monômeros resinosos quando ocorre o colapamento das fibras colágenas na condição da superfície dentinária seca. Supõem que pelo fato dos estudos prévios geralmente relatar que os adesivos são aplicados de acordo com as instruções do fabricante, na melhor das hipóteses, estes aplicaram o adesivo no modo fricção leve - o qual mostrou melhor desempenho na condição úmida.

Um experimento *in vitro* que avaliou o adesivo Single Bond Universal em suas diferentes estratégias de união comparado a adesivos consagrados no mercado mostrou que o Adper Single Bond 2 na técnica convencional úmida apresentou resistência de união à microtração estatisticamente superior que o Single Bond Universal na mesma condição (MUNÕZ et al., 2013). Esse estudo vai de encontro com os resultados da presente pesquisa, uma vez que não houve diferença estatística entre esses adesivos na técnica convencional úmida. Na metodologia de Munõz et al. (2013), na descrição da técnica do Adper Single Bond 2, foi aplicado 2 a 3 consecutivas camadas de adesivo; porém, na descrição da técnica do Single Bond Universal, foi aplicado uma camada de adesivo, reaplicando-se uma nova camada caso necessário. No presente estudo a quantidade de aplicações do adesivo foram padronizadas entre os diferentes grupos. Taschner et al. (2014) mostrou que a aplicação de dupla camada de adesivo melhora a resistência de união à dentina comparado a aplicação de uma única camada. Assim, supõe-se que este fator tenha levado à diferença entre os adesivos na técnica convencional úmida no estudo supracitado.

O atual estudo observou que o adesivo Single Bond Universal na técnica convencional seca apresentou melhor desempenho comparado ao adesivo Adper Single Bond 2 nas mesmas condições. Presume-se que a diferença pode ser dada pela menor incorporação de monômeros resinosos nos espaços interfibrilares em

razão do colapso da rede de colágeno pela secagem excessiva da superfície dentinária (KANCA, 1992; PERDIGÃO, 2002; SPENCER; SWAFFORD, 1999; TAY; GWINNETT; WEI, 1996), cuja condição não é proposta pelo fabricante do adesivo Adper Single Bond 2. Adicionalmente, o Single Bond Universal difere deste pela incorporação do monômero MDP o qual permite união química dessa molécula ao substrato dentinário, permitindo interfaces estáveis (ERICKSON et al., 2009; YOSHIDA et al., 2012).

Quanto à análise do modo de fratura, a maioria ocorreu envolvendo a camada híbrida e a camada adesiva, corroborando com estudos prévios (HASS et al., 2013; MARCHESI et al., 2014; MUNÕZ et al., 2013; REIS et al 2007; TAKAI et al., 2013; WAGNER et al., 2014). Esse dado sugere que houve efetiva infiltração de monômeros resinosos na rede de fibras colágenas e no interior dos túbulos dentinários, assim como, eficaz conversão de monômeros em polímeros na interface de união restauradora, que, no entanto, fraturou-se em função da concentração de tensões entre o adesivo e o topo da camada híbrida (AUSIELLO; APICELLA; DAVIDSON, 2002).

## *Conclusões*

## 7. CONCLUSÕES

De acordo com o estudo, concluiu-se que:

- O adesivo Single Bond Universal obteve resultados satisfatórios de resistência de união à microtração quando aplicado na superfície dentinária úmida e seca.
- O adesivo Adper Single Bond 2 obteve melhor resultado de resistência de união à microtração na superfície dentinária úmida.
- Na dentina úmida, ambos os sistemas adesivos apresentaram elevados valores de resistências de união à microtração.
- Na dentina seca, o sistema adesivo Single Bond Universal apresentou resistências de união à microtração mais elevada que o Adper Single Bond 2.
- O tipo de fratura, após o teste de microtração dos sistemas adesivos Single Bond Universal e Adper Single Bond 2 aplicados na dentina úmida e na dentina seca, foi predominantemente misto – coesiva no adesivo e na camada híbrida.

# *Referências*

## REFERÊNCIAS

ARMSTRONG, S. R.; VARGAS, M. A.; CHUNG, I.; PASHLEY, D. H.; CAMPBELL, J. A.; LAFFOON, J. E.; QIAN, F. Resin-dentin interfacial ultrastructure and microtensile dentin bond strength after five-year water storage. **Oper Dent.**, v. 29, n. 6, p. 705–712, 2004.

AUSIELLO, P.; APICELLA, A.; DAVIDSON, C. L. Effect of adhesive layer properties on stress distribution in composite restorations--a 3D finite element analysis. **Dent Mater.**, v.18, n. 4, p. 295-303, 2012.

BOURD-BOITTIN, K.; FRIDMAN, R.; FANCHON, S.; SEPTIER, D.; GOLDBERG, M.; MENASHI, S. Matrix metalloproteinase inhibition impairs the processing, formation and mineralization of dental tissues during mouse molar development. **Exp Cell Res.**, v. 304, n. 2, p. 493–505, 2005.

BRESCHI, L.; MAZZONI, A.; RUGGERI, A.; CADENARO, M.; DI LENARDA, R.; DE STEFANO DORIGO, E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. **Dent Mater.**, v. 24, n. 1, p. 90–101, 2008.

CHIARAPUTT, S.; MAI, S.; HUFFMAN, B. P.; KAPUR, R.; AGEE, K. A.; YIU, C. K.; CHAN, D. C.; HARNIRATTISAI, C.; AROLA, D. D.; RUEGGEBERG, F. A.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R. Changes in resin-infiltrated dentin stiffness after water storage. **J Dent Res.**, v. 87, n. 7, p. 655–660, 2008.

CARVALHO, R. M. Sistemas Adesivos: fundamentos para aplicação clínica. **Biodonto.**, v. 2, n. 1, p. 81-86, 2004.

DAL-BIANCO, K.; PELLIZZARO, A.; PATZLAFT, R.; DE OLIVEIRA BAUER, J. R.; LOGUERCIO, A. D.; REIS, A. Effects of moisture degree and rubbing action on the immediate resin-dentin bond strength. **Dent Mater.**, v. 22, n. 12, p. 1150-1156, 2006.

DE MUNCK, J.; VAN MEERBEEK, B.; YOSHIDA, Y.; INOUE, S.; VARGAS, M.; SUZUKI, K.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. **J Dent Res.**, v. 82, n. 2, p. 136–140, 2003.

DE MUNCK, J.; VAN LANDUYT, K.; PEUMANS, M.; POITEVIN, A.; LAMBRECHTS, P.; BRAEM, M.; VAN MEERBEEK, B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. **J Dent Res.**, v. 84, n. 2, p.118-32, 2005.

DE MUNCK, J.; VAN DEN STEEN, P. E.; MINE, A.; VAN LANDUYT, K. L.; POITEVIN, A.; OPDENAKKER, G.; VAN MEERBEEK, B. Inhibition of enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces. **J Dent Res.**, v. 88, n. 12, p. 1101–1106, 2009.

DI HIPÓLITO, V. **Interação e eficiência de sistemas adesivos contendo**



**nanopartículas na união à dentina.** 2009. Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba. Piracicaba, SP, 2009.

DI HIPÓLITO, V.; REIS, A. F.; MITRA, S. B.; DE GOES, M. F. Interaction morphology and bond strength of nanofilled simplified-step adhesives to acid etched dentin. **Eur J Dent.**, v. 6, n. 4, p. 349-360, 2012.

ERICKSON, R. L.; BARKMEIER, W. W.; LATTA, M. A. The role of etching in bonding to enamel: a comparison of selfetching and etch-and- rinse adhesive systems. **Dental Materials**, v. 25, n. 11, p.1459-1467, 2009.

FUNG, D. T.; WANG, V. M.; LAUDIER, D. M., SHINE, J. H.; BASTA-PLJAKIC, J.; JEPSEN, K. J.; SCHAFFLER, M. B.; FLATOW, E. L. Subrupture tendon fatigue damage. **J Orthop Res.**, v. 27, n. 2, p. 264–273, 2009.

GWINNETT, A. J. Dentin bond strengths after air-drying and re-wetting. **Am J Dent.**, v. 7, n. 3, p. 144–148, 1994.

GWINNETT, A. J.; YU, S. Effect of long-term water storage on dentin bonding. **Am J Dent.**, v. 8, n. 2, p. 109–111, 1995.

HALLER, B. Recent developments in dentin bonding. **Am J Dent.**, v. 13, n. 1, p. 44-50, 2000.

HASHIMOTO, M.; OHNO, H.; KAGA, M.; ENDO, K.; SANO, H.; OGUCHI, H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. **J Dent Res.**, v. 79, n. 6, p. 1385–139, 2000.

HASHIMOTO, M.; OHNO, H.; KAGA, M.; SANO, H.; TAY, F. R.; OGUCHI, H.; ARAKI, Y.; KUBOTA, M. Over-etching effects on micro-tensile bond strength and failure patterns for two dentin bonding systems. **J Dent.**, v. 30, n. 2-3, p. 99–105, 2002.

HASHIMOTO, M.; OHNO, H.; SANO, H.; KAGA, M.; OGUCHI, H. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. **Biomaterials**, v. 24, n. 21, p. 3795–3803, 2003a.

HASHIMOTO, M.; TAY, F. R.; OHNO, H.; SANO, H.; KAGA, M.; YIU, C.; KUMAGAI, H.; KUDOU, Y.; KUBOTA, M.; OGUCHI, H. SEM and TEM analysis of water degradation of human dentinal collagen. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, v. 66, n. 1, p. 287–298, 2003b.

HASHIMOTO, M. A review—micromorphological evidence of degradation in resin-dentin bonds and potential preventional solutions. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater.**, v. 92, n. 1, p. 268–280, 2010.

HASS, V.; DOBROVOLSKI, M.; ZANDER-GRANDE, C.; MARTINS, G. C.; GORDILLO, L. A.; ACCORINTE, M. L. R.; GOMES, O. M.; LOGUERCIO, A. D.; REIS, A. Correlation between degree of conversion, resin–dentin bond strength

and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives. **Dent Mater.**, v. 29, n. 9, p. 921-928, 2013.

ITO, S.; HASHIMOTO, M.; WADGAONKAR, B.; SVIZERO, N.; CARVALHO, R. M.; YIU, C.; RUEGGERBERG, F.A.; FOULGER, S.; SAITO, T.; NISHITANI, Y.; YOSHIYAMA, M.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. **Biomaterials**, v. 26, n. 33, p. 6449–6459, 2005.

KANCA, J. Resin bonding to wet substrate. 1. Bonding to dentin. **Quintessence Int.**, v. 23, n. 1, p. 39-41, 1992.

LAKATOS, E.M.; MARCONI, M.A. **Fundamentos da Metodologia Científica**. 6 ed. São Paulo: Atlas, 2009. 315p.

LIU, Y.; TJÄDERHANE, L.; BRESCHI, L.; MAZZONI, A.; LI, N.; MAO, J.; PASHLEY, D. H.; TAY, F. R. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. **J Dent Res.**, v. 90, n. 8, p. 953–968, 2011.

MARCHESI, G.; FRASSETTO, A.; MAZZONI, A.; APOLONIO, F.; DIOLOSÀ, M.; CADENARO, M.; DI LENARDA, R.; PASHLEY, D. H.; TAY, F.; BRESCHI, L. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. **J Dent.**, v. 42, n. 5, p. 603-612, 2014.

MAZZONI, A.; MANNELLO, F.; TAY, F.R.; TONTI, G. A.; PAPA, S.; MAZZOTTI, G.; DI LENARDA, R.; PASHLEY, D. H.; BRESCHI, L. Zymographic analysis and characterization of MMP-2 and -9 forms in human sound dentin. **J Dent Res.**, v. 86, n. 6, p. 436–440, 2007.

MAZZONI, A.; SCAFFA, P.; CARRILHO, M.; TJÄDERHANE, L.; DI LENARDA, R.; POLIMENI, A.; TEZVERGIL-MUTLUAY, A.; TAY, F. R.; PASHLEY, D. H.; BRESCHI, L. Effects of etch-and-rinse and self-etch adhesives on dentin MMP-2 and MMP-9. **Journal of Dental Research**, v. 92, n. 1, p. 82–86, 2013.

MENA-SERRANO, A.; KOSE, C.; DE PAULA, E. A.; TAY, L. Y.; REIS, A.; LOGUERCIO, A. D.; PERDIGÃO, J. A new universal simplified adhesive: 6-month clinical evaluation. **J Esthet Restor Dent.**, v. 25, n. 1, p. 55-69, 2013.

MUÑOZ, M. A.; LUQUE, I.; HASS, V.; REIS, A.; LOGUERCIO, A. D.; BOMBARDA, N. H. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. **J Dent.**, v. 41, n. 5, p. 404-411, 2013.

NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **Journal of Biomedical Materials Research**, v. 16, n. 3, p. 265–273, 1982.

NAKAJIMA, M.; OKUDA, M.; PEREIRA, P. N. R.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D. H. Dimensional changes and ultimate tensile strengths of dentin applied with one-bottle adhesives. **Dent Mater.**, v. 18, n. 8, p. 603–608, 2002.

OLIVEIRA, W. J.; RODRIGUES, J. R. Avaliação da adesividade em esmalte de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes. **Rev Fac Odontol Passo Fundo.**, v. 9, n. 2, p. 73-78, 2004.

ORELLANA, N.; RAMÍREZ, R.; ROIG, M.; GINER, L.; MERCADE, M.; DURÁN, F.; HERRERA, G. Comparative study of the microtensile bond strength of three different total etch adhesives with different solvents to wet and dry dentin. (in vitro test). **Acta Odontol Latinoam.**, v. 22, n. 1, p. 47–56, 2009.

PASHLEY, D. H.; AGEE, K. A.; WATAHA, J. C.; RUEGGEBERG, F.; CEBALLOS, L.; ITOU, K.; YOSHIYAMA, M.; CARVALHO, R. M.; TAY, F. R. Viscoelastic properties of demineralized dentin matrix. **Dent Mater.**, v. 19, n. 8, p. 700–706, 2003.

PASHLEY, D. H.; TAY, F. R.; YIU, C.; HASHIMOTO, M.; BRESCHI, L.; CARVALHO, R. M.; ITO, S. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. **J Dent Res.**, v. 83, n. 3, p. 216–221, 2004.

PAUL, S. J.; LEACH, M.; RUEGGEBERG, F. A.; PASHLEY, D. H. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. **J Dent.**, v. 77, n. 3, p. 209-214, 1999.

PERDIGÃO, J. Dentin bonding as function of dentin structure. **Dent Clin North Am.**, v. 46, n. 2, p. 1–25, 2002.

PERDIGÃO, J.; REIS, A.; LOGUERCIO, A. D. Dentin adhesion and MMPs: a comprehensive review. **J Esthet Restor Dent.**, v. 25, n. 4, p. 219-241, 2013.

PERDIGÃO, J.; KOSE, C.; MENA-SERRANO, A. P.; DE PAULA, E. A.; TAY, L. Y.; REIS, A.; LOGUERCIO, A. D. A new universal simplified adhesive: 18- month clinical evolution. **Oper Dent.**, v. 39, n. 2, p. 113-127, 2014.

PEUMANS, M.; KANUMILLI, P.; DE MUNCK, J.; VAN LANDUYT, K.; LAMBRECHTS, P.; VAN MEERBEEK, B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. **Dental Materials**, v. 21, n. 9, p. 864–881, 2005.

REIS, A.; LOGUERCIO, A. D.; AZEVEDO, C. L.; DE CARVALHO, R. M.; DA JULIO SINGER, M.; GRANDE, R. H. Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent bases. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 5, n. 3, p. 183–192, 2003.

REIS, A.; PELLIZZARO, A.; DAL-BIANCO, K.; GONES, O. M.; PATZLAFF, R.; LOGUERCIO, A. D. Impact of adhesive application to wet and dry dentin on long-term resin-dentin bond strengths. **Oper Dent.**, v. 32, n. 4, p. 380-387, 2007.

SALZ, U.; ZIMMERMANN, J.; ZEUNER, F.; MOSZNER, N. Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. **J Adhes Dent.**, v. 7, n. 2, p. 107–116, 2005.

SANO, H.; SHONO, T.; SONODA, H.; TAKATSU, T.; CIUCCHI, B.; CARVALHO, R.; PASHLEY, D. H. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-evaluation of a micro-tensile bond test. **Dental Materials**, v. 10, n. 4, p. 236-240, 1994.

SANO, H.; TAKATSU, T.; CIUCCHI, B.; HORNER, J. A.; MATTHEWS, W. G.; PASHLEY, D. H. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. **Oper Dent.**, v. 20, n. 1, p. 118–25, 1995.

SANO, H.; YOSHIKAWA, T.; PEREIRA, P. N.; KANEMURA, N.; MORIGAMI, M.; TAGAMI, J.; PASHLEY, D. H. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer in vivo. **J Dent Res.**, n. 78, p. 906–911, 1999.

SINGLE BOND UNIVERSAL. **Catálogo Completo**. 3M ESPE Corporation, 2013. 12p.

SHINOHARA, M. S.; DE GOES, M. F.; SCHNEIDER, L. F.; FERRACANE, J. L.; PEREIRA, P. N.; DI HIPÓLITO, V.; NIKAIDO, T. Fluoride-containing adhesive: Durability on dentin bonding. **Dent Mater.**, v. 25, n. 11, p. 1383–1391, 2009.

SPENCER, P.; SWAFFORD, J. R. Unprotected protein at the dentin–adhesive interface. **Quintessence International**, v. 30, n. 7, p. 501–507, 1999.

SULKALA, M.; TERVAHARTIALA, T.; SORSA, T.; LARMAS, M.; SALO, T.; TJÄDERHANE, L. Matrix metalloproteinase-8 (MMP-8) is the major collagenase in human dentin. **Arch Oral Biol.**, v. 52, n. 2, p. 121–127, 2007.

TAKAHASHI, A.; INOUE, S.; KAWAMOTO, C.; OMINATO, R.; TANAKA, T.; SATO, Y.; PEREIRA, P. N.; SANO, H. In vivo long-term durability of the bond to dentin using two adhesive systems. **J Adhes Dent.**, v. 4, n. 2, p. 151–159, 2002.

TAKAI, T.; HOSAKA, K.; KAMBARA, K.; THITTHAWEEERAT, S.; MATSUI, N.; TAKAHASHI, M.; KISHIKAWA, R.; NAKAJIMA, M.; OTSUKI, M.; FOXTON, R.M.; TAGAMI, J. **Dent Mater J.**, v. 31, n. 4, p. 558-563, 2013.

TASCHNER, M.; KÜMMERLING, M.; LOHBAUER, U.; BRESCHI, L.; PETSCHERT, A.; FRANKENBERGER, R. Effect of double-layer application on dentin bond durability of one step self-etch adhesives. **Oper Dent.**, v. 39, n. 4, p. 416-426, 2014.

TAY, F. R.; GWINNETT, J. A.; WEI, S. H. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. **Dental Materials**, v. 12, n. 4, p. 236–244, 1996.

TAY, F. R., PASHLEY, D. H. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. **Dent Mater.**, v. 17, n.4, p. 296-308, 2001.

VAN MEERBEEK, B.; INOKOSHI, S.; BRAEM, M.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. Morphological aspects of the resin–dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. **Journal of Dental Research**, v. 71, n. 8, p. 1530–1540, 1992.

VAN MEERBEEK, B.; PERDIGAO, J.; LAMBRECHTS, P.; VANHERLE, G. The clinical performance of adhesives. **Journal of Dentistry**, v. 26, n. 1, p. 1–20, 1998.

VAN MEERBEEK, B.; PEUMANS, M.; POITEVIN, A.; MINE, A.; VAN ENDE, A.; NEVES, A.; DE MUNCK, J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. **Dental materials**, v. 26, n. 2, p. 100-121, 2010.

WAGNER, A.; WENDLER, M.; PETSCHT, A.; BELLI, R.; LOHBAUER, U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. **Journal of Dentistry**, v. 42, n. 7, p. 800-807, 2014.

WANG, Y.; SPENCER, P. Quantifying adhesive penetration in adhesive/dentin interface using confocal Raman microspectroscopy. **J Biomed Mater Res.**, v. 59, n. 1, p. 46–55, 2002.

WANG, Y.; SPENCER, P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding. **J Dent Res.**, v. 82, n. 2, p. 141–145, 2003.

WANG, Y.; SPENCER, P.; WALKER, M. P. Chemical profile of adhesive/caries-affected dentin interfaces using Raman microspectroscopy. **J Biomed Mater Res.**, v. 81, n. 2, p. 279–286, 2007.

YOSHIDA, Y.; YOSHIHARA, K.; NAGAOKA, N.; HAYAKAWA, S.; TORII, Y.; OGAWA, T.; OSAKA, A.; MEERBEEK, B. V. Self-assembled nano-layering at the adhesive interface. **Journal of Dental Research**, v. 91, n. 4, p. 376-381, 2012.

## ANEXO A – Declaração do Comitê de Ética em Pesquisa



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA  
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE  
COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

### CERTIDÃO

Certifico que o Comitê de Ética em Pesquisa do Centro de Ciências da Saúde da Universidade Federal da Paraíba – CEP/CCS aprovou por unanimidade na Reunião Extraordinária realizada no dia 02/12/2013, o Projeto de pesquisa intitulado: **“AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE SISTEMAS ADESIVOS À DENTINA – INFLUÊNCIA DA UMIDADE”** da pesquisadora Ana Karina Maciel de Andrade. Prot. Nº 0295/13. CAAE: 17665613.2.0000.5188.

Outrossim, informo que a autorização para posterior publicação fica condicionada à apresentação do resumo do estudo proposto à apreciação do Comitê.

  
Dr. Elaine Morfias de Sousa  
Coordenadora CEP/CCS/UFPB  
Matr. ISIAPE: 0332618